



⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Patentschrift**
⑩ **DE 197 31 151 C 1**

⑤ Int. Cl.⁶:
B 23 K 35/36
B 23 K 35/363
B 23 K 35/28

⑲ Aktenzeichen: 197 31 151.2-24
⑳ Anmeldetag: 21. 7. 97
㉑ Offenlegungstag: -
㉒ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 21. 1. 99

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦③ Patentinhaber:
Degussa AG, 60311 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:
Koch, Jürgen, Dr., 63165 Mühlheim, DE; Staab,
Leander, 63776 Mömbris, DE; Kohlweiler,
Wolfgang, 60431 Frankfurt, DE; Starz, Karl-Anton,
Dr., 63517 Rodenbach, DE

⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

EP 04 75 956 B1
EP 05 12 489 A1
WO 97 03 788 A1

SU 1127728 in Derwent Abstract Nr.85-151572/25;

⑤④ Lotpaste zum Hartlöten und Beschichten von Aluminium und Aluminiumlegierungen

⑤⑦ Die Erfindung betrifft eine Lotpaste zum Hartlöten und Beschichten von Werkstücken aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen, die in einem wasserverdünnbaren organischen Bindemittel ein Aluminiumhartlot und ein Aluminium-Flußmittel und weiterhin als ein die rheologischen Eigenschaften beeinflussendes Additiv 0,01 bis 0,2 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, von ein oder mehreren gesättigten Fettsäuren mit 10 bis 20 C-Atomen und/oder deren Ammoniumsalze enthält.

DE 197 31 151 C 1

DE 197 31 151 C 1

schaften beeinflussendes Additiv 0,01 bis 0,2 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, von ein oder mehreren gesättigten Fettsäuren mit 10 bis 20 C-Atomen und/oder deren Ammoniumsalze enthält.

Gegenstand der Erfindung ist somit eine wie vorstehend charakterisierte Aluminiumhartlotpaste.

In der erfindungsgemäßen Lotpaste können als Hartlotpulver zum Beschichten und Fügen von Aluminium und Aluminiumlegierungen alle Aluminiumhartlote eingesetzt werden, die eine niedrigere Schmelztemperatur als die zu fügenden oder zu beschichtenden Grundwerkstoffe aufweisen. Hierzu zählen beispielsweise die reinen binären Aluminium-Silicium-Hartlote Al-Si 5-12%, aber auch die niedrighschmelzenden ternären Systeme wie Al-Si 5-12% mit Zusätzen von Cu, Mg oder Zn. Die mittlere Korngröße der eingesetzten Aluminiumhartlotpulver liegt zwischen 10 µm und 500 µm. Vorzugsweise werden Lotpulver mit einer Kornverteilung von 50 µm bis 150 µm eingesetzt, da einerseits zu grobe Pulverpartikel leicht die Dosiereinrichtung verstopfen und eher zum Absetzen neigen und andererseits Pulver mit einem hohen Feinanteil aufgrund des durch die größere Oberfläche ansteigenden Oxidgehaltes in der Regel das Lötresultat verschlechtern. Zur Erreichung einer zuverlässigen, stoffschlüssigen Verbindung ist es daher wünschenswert, daß der Oxidgehalt der Hartlotpulver weniger als 0,2%, vorzugsweise weniger als 0,1% beträgt.

Der Gehalt an Lotpulver in der erfindungsgemäßen Lotpaste beträgt 25 bis 45 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 40 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge.

Die in der erfindungsgemäßen Lotpaste eingesetzten Flußmittel sind bezüglich ihrer Wirktemperaturen auf die Arbeitstemperaturen der verwendeten Hartlote abgestimmt. Typische Flußmittel sind beispielsweise die nichtkorrosiven, wasserunlöslichen Salze oder Salzgemische komplexer Alkalialuminiumfluoride wie $KAlF_4$, $KAlF_6$ und K_2AlF_5 , $KAlF_4$ und K_3AlF_6 mit Wirktemperaturen ab 580°C. Die Auswahl der Flußmittel ist aber nicht notwendigerweise auf diese Verbindungsklasse beschränkt. Auch Mischungen von AlF_3 und KF oder Cäsiumaluminiumfluoride können Verwendung finden. Die nötige Flußmittelmenge richtet sich im allgemeinen nach dem Lotgehalt der Pasten. Üblicherweise beträgt die Flußmittelkonzentration in der Lotpaste 25-45%, vorzugsweise 30-40%, bezogen auf die Gesamtmenge.

Die erfindungsgemäßen Aluminiumhartlotpasten enthalten als Bindemittel im wesentlichen wassermischbare organische Lösungsmittel. Beste Ergebnisse werden mit aliphatischen Glykolen wie zum Beispiel Ethylenglycol, Propylenglycol, Diethylenglycol, Triethylenglycol, Dipropylenglycol und Hexylenglycol oder Mischungen dieser Lösungsmittel erzielt. Sie sind daher wasserverdünnbar und insoweit wesentlich umweltverträglicher. Der Anteil an derartigen Bindemitteln in der Lotpaste beträgt 25 bis 35 Gew.-% vorzugsweise 27 bis 30 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge.

Überraschenderweise hat sich nun gezeigt, daß durch Zugabe geringer Mengen höhermolekularer gesättigter Carbonsäuren oder deren Ammoniumsalzen zu einer Aluminiumhartlotpaste, bestehend aus Lotpulver, Flußmittel und einem Bindemittel aus aliphatischen Glykolen, die rheologischen Eigenschaften der Lotpaste in weiten Grenzen variiert werden können. Erfindungsgemäß enthält die wasserverdünnbare Aluminium-Hartlotpaste 0,01 bis 0,2 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, von ein oder mehreren gesättigten Fettsäuren mit 10 bis 20 C-Atomen und/oder deren Ammoniumsalze. Selbst so geringe Mengen wie 0,01 Gew.-% bewirken bereits eine deutliche Erhöhung der Thixotropie und der Strukturviskosität. Das ursprüngliche newtonsche Fließen der Lotpaste geht nach Einarbeitung des Additivs in ein pseudoplastisches Verhalten über. Ab einem Zusatz von 0,15% ist die Lotpaste trotz niedriger Viskosität nicht mehr selbstfließend. Über 0,2 Gew.-% sind die rheologischen Eigenschaften nicht mehr praxistgerecht. Die verdickende Wirkung tritt nur bei höhermolekularen, gesättigten Carbonsäuren mit 10 bis 20 C-Atomen und deren Ammoniumsalzen ein und ist umso ausgeprägter, je länger der aliphatische unpolare Alkylrest der Carbonsäure ist.

Bemerkenswert ist, daß Carbonsäuren mit weniger als 10 Kohlenstoffatomen diesen thixotropierenden Effekt nicht zeigen. Auch die ein- und mehrwertigen Metallsalze dieser Säuren (z. B. Kaliumpalmitat, Aluminiumstearat, Magnesiumstearat etc.) können nicht verwendet werden, da sie nicht thixotropierend wirken bzw. korrosive Reste hinterlassen und den Lötvorgang stören. Fettsäuren mit mehr als 20 C-Atomen beeinflussen die rheologischen Eigenschaften in nicht praxistgerechter Weise.

Sehr gute Ergebnisse werden mit Laurin-, Myristin-, Palmitin- und Stearinsäure bzw. deren Ammoniumsalzen erzielt. Die erfindungsgemäßen Hartlotpasten mit Zusätzen dieser Additive sind viskositätsstabil und zeigen bei Lagerung über drei Monate keine Zementation von Flußmittel- und Lotpulver. Sie sind daher mit automatischen Dosiereinrichtungen einfach und reproduzierbar zu dosieren. Erstaunlicherweise verlaufen die andosierten Pastendepots während des Trocknens und Erwärmens auch an senkrechten Flächen nicht und schmelzen bei Löttemperatur, ohne daß störende organische Zersetzungsprodukte gebildet werden.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Hartlotpasten wird zuerst das pulverförmige Flußmittel mit üblichen Dispergierapparaturen in das vorgelegte Glykol-Bindemittel eingerührt und nach vollständiger Homogenisierung mit der zur Erzielung der gewünschten Strukturviskosität notwendigen Menge Additiv von 0,01-0,2 Gew.-% vorzugsweise 0,02-0,1 Gew.-% versetzt. Anschließend wird die entsprechende Menge Aluminiumhartlotpulver in das fertige Bindemittel eingebracht. Danach ist die Lotpaste gebrauchsfertig und kann abgefüllt werden.

Die nachfolgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern.

DE 197 31 151 C 1

8. Lotpaste nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil an Aluminium-Hartlotpulver 30 bis 40 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, beträgt.

9. Lotpaste nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß sie ein Aluminium-Flußmittel auf Basis komplexer Alkalialuminiumfluoride enthält.

10. Lotpaste nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil an Aluminium-Flußmittel 30 bis 40 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, beträgt. 5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65